



# EXHIBIT A

# 명 세 서

## 1. 발명의 명칭

MgB<sub>2</sub> 금속 고온초전도체의 박막 제조 방법

## 2. 도면의 간단한 설명

제 1 도는 본 발명의 1 단계 공정과정을 설명하기 위한 레이저 증착 장비의 개략도이다.

제 2 도는 본 발명의 2 단계 공정과정을 설명하기 위한 것이며, 특수 사후 열처리 장치에 대한 개략도이다.

### \*도면의 주요 부분에 대한 부호의 설명\*

- |                |                |
|----------------|----------------|
| 1. 레이저빔 방향     | 7. 수평형 전기로의 단면 |
| 2. 기판 고정판      | 8. 수정관         |
| 3. 고진공 박막성장실   | 9. 탄탈륜관        |
| 4. 기판          | 10. 보론 박막      |
| 5. 보론이 증발되는 모양 | 11. 사파이어 기판    |
| 6. 타겟 및 타겟고정판  | 12. 마그네슘       |

## 3. 발명의 상세한 설명

본 발명은 MgB<sub>2</sub> 박막을 제조하는 특수공정에 대한 것이다.

최근에 나가마쓰 [J. Nagamatsu et al., Nature 410, 63 (2001. 3. 1)와 공동연구자들에 의해 발견된 MgB<sub>2</sub> 초전도체는 초전도 전이온도가 39 K로서 기존에 발견된 금속 초전도체(23 K)에 비해 매우 높고 전도전자의 밀도가 커서 전류수송특성이 양호하므로 향후 기존에 사용되고 있는 모든 초전도에 관련된 장치들이 MgB<sub>2</sub>로 대체될 가능성이 크다. 이러한 응용가능성에 대한 높은 기대에 힘입어 현재 전 세계적으로 폭발적인 연구가 수행되고 있다. 이미 미국의 아이오와 주립대학의 캔필드 [P. C. Canfield et al., Phys. Rev. Lett (2001. 3. 출간 예정)] 교수의 연구그룹에 의해 초전도 선재를 개발하여 실용화가 될 수 있음을 직접 확인하였다. 이 상업화 가능성이 현실화 되어가고 있음을 보여주는 단적인 예로서, 현재 미국과 일본 등에서는 본 초전도체를 제조하는데 필요한 원소인 마그네슘과 보론을 수출금지 품목으로 지정하여 범 국가적으로 연구 및 상업화 분야에 우선권을 확보하기 위한 조치를 취한 것으로 알려져 있다. 한편, 본 초전도체를 전자장비에 응용하기 위해서는 박막형태로 제조하는 것이 필수적이며, 현재 전세계의 수 많은 연구그룹에 의해서 연구가

진행되고 있으나 아직까지는 성공적인 연구결과가 보고된 바가 없다. 즉 본 연구 결과가 세계 최초로 이루어진 발명 사례이다. 그러므로 아직까지 본 발명에 관련된 특허는 한 건도 출원된 바가 없다. 본 발명에 의해 제조된 초전도 박막은 미세자기장을 탐지하는 초전도양자간섭소자(SQUIDS)를 이용하는 의료용 정밀진단 장비와 위성통신에서 사용되는 마이크로파 통신 장비, 그리고 조셉슨 소자를 이용하면 반도체로 만든 컴퓨터보다 그 연산 성능을 약 100배 정도 향상시킬 수가 있는 컴퓨터 등에 응용이 가능하다.

본 발명에서 사용되는  $MgB_2$  박막을 제조하는 순서는 아래와 같이 크게 2 단계의 과정으로 나눌 수가 있다. 1 단계는 물리적 박막증착장비(레이저증착장치, 스퍼터링증착장치, 전자빔증착장비)를 이용하여  $MgB_2$ 의 선물질(Precursor)인 비정질 보론박막을 기판에 증착하는 과정이고, 2 단계는 제조된 보론박막에 마그네슘을 반응시켜 최종적으로 초전도  $MgB_2$  박막을 생산하는 과정이다.

#### 가. 1 단계 공정 (보론 박막 제조 공정)

우선 물리적인 박막제조방법으로 박막을 증착하기 위해서는 타겟(Target)이 필요한데, 입자가 작은 적당량의 보론분말을 동전모양으로 찍어낼 수 있는 실린더 모양의 틀(직경 25.4 mm)에 넣고 약 6 - 10 톤으로 가압하여 만들었다. 이 타겟을 제 1 도에 있는 타겟 고정장치에 부착한 후에 엑시머레이저를 입사하면 타겟에 있는 보론이 증발되면서 기판부착장치에 있는 기판위에 보론 박막이 형성된다. 이 때 사용한 실험조건은 레이저 진동수는 8 Hz, 에너지는 550 mJ이다. 이 때 보론의 기화온도가 매우 높기 때문에 렌즈를 이용하여 에너지의 밀도를 크게 만들었는데, 사용한 에너지를 밀도로 환산하면  $20-30 \text{ J/cm}^2$ 이 된다. 약 3 시간동안 제조한 박막의 두께는 약  $0.5 \mu\text{m}$ 이며, 표면이 거울같이 반짝이는 양질의 박막임을 육안으로도 확인을 할 수가 있었다. 박막제조용 기판으로는 사파이어 ( $Al_2O_3$ , 1102 평면) 단결정과 스트론튬티타네이트 ( $SrTiO_3$ , 001 평면) 단결정을 사용하여 실험하였으며,  $MgB_2$ 의 박막을 제조하는데 있어서 사파이어 기판이 더 적합한 재료임을 확인하였다.

#### 나. 2 단계 공정 (후속 열처리 공정)

본 공정과정은 1 단계에서 증착한 보론 박막에 열처리를 통하여 마그네슘을 확산시키고, 동시에 단일 배향성을 갖는  $MgB_2$  결정상이 형성되도록 하는 과정이다. 마그네슘은 화학적 특성이 산화가 쉽게 되고 용융온도가  $650^\circ\text{C}$ , 기화온도가  $1107^\circ\text{C}$ 로서 보론(용융온도:  $2100^\circ\text{C}$ , 기화온도:  $4000^\circ\text{C}$ )에 비해 매우 낮기 때문에 상압에서는 합성이 잘 안되고, 고압 합성만이 가능한 것으로 알려져 있다. 그래서 우리는 마그네슘의 산화를 막으면서도 고압으로 합성할 수 있는 특수한 방법을 고안하여 성공적으로  $MgB_2$  박막을 제조하였다.

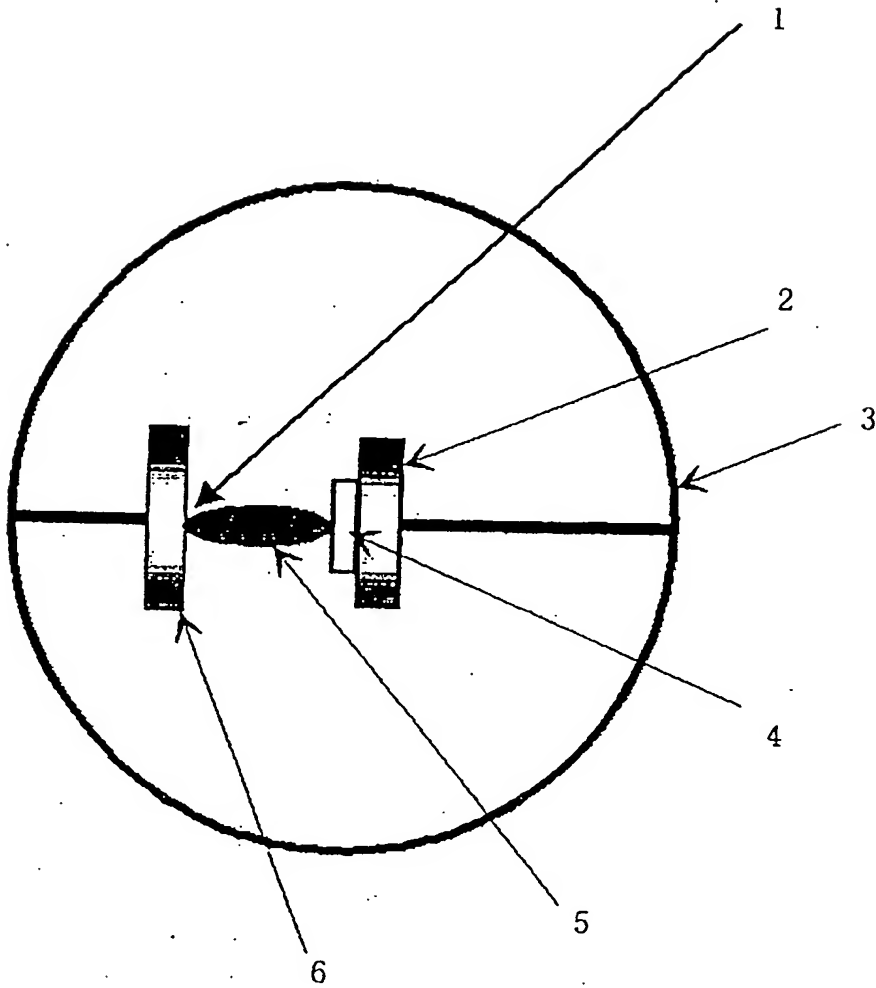
특수한 후속 열처리 장치는 제 2 도에 나타나 있으며, 상세한 내용은 다음과 같다. 우선 보론 박막과 마그네슘을 반응시켜 결정을 성장시키기 위해서는 전기로에서  $600 - 1000^\circ\text{C}$  영역에서 열처리를 해야 한다. 그런데, 이 과정에서 마그네슘이 공기 중에 있는 산소와 결합하여 산화 마그네슘을 형성하기 때문에 시편이 산소

와 격리된 상태에서 결정이 성장 되어야 한다. 고온에서 마그네슘과 화학반응을 일으키지 않은 물질로서는 탄탈륨과 텅스텐 등이 알려져 있다. 본 발명에서는 마그네슘과 보론 박막이 산화되는 것을 막기 위하여 제 2 도에 나타낸 바와 같이 연성이 좋고 용접하기가 쉬운 탄탈륨관을 사용하였다. 또한 고온에서 공기와 접촉되는 탄탈륨이 산화되는 것을 막는 보호 벽으로 수정관을 사용하여 이중으로 밀폐된 특수 시편 열처리 장치를 사용하였다. 그리고 고온에서 박막을 제조하는 경우에 박막과 기판간의 화학반응으로 인하여 양질의 박막을 제조하기가 어려운데, 이러한 화학반응을 줄이기 위하여 열처리 시간을 가능한 짧게 하여 이 문제를 극복하였다. 즉, 본 발명에서는 수평식 수정관을 사용하는 전기로를 사용하였는데, 시편을 전기로에 넣기 전에 전기로를 600 - 1000 °C로 가열하고 온도를 고정한 후에 약 30 분 이내에 걸쳐 서서히 시편을 온도가 균일한 부분인 중심까지 이동시키고 약 2 시간 이내에 열처리를 한 후에 즉시 전기로에서 꺼내어 1 시간 이내에 냉각하였다. 이렇게 하여 최종적으로 제조된 박막은 기판의 면에 수직인 방향으로  $MgB_2$ 가 c 축 배향성을 보이는 매우 양질의 박막임을 X-ray 회절 분석장비를 이용하여 확인하였으며, 실제로 상업화에 필요한 특성인 초전도성은 초전도 임계온도가 39 K이며, 임계전류밀도가 전기도선 단면적  $1\text{ cm}^2$  당 8,000,000 암페어를 수송할 수가 있음을 확인하였다. 이 임계온도는 초전도 선재에서 보이는 것과 같은 온도이며, 임계전류밀도는 그 선재에 비해 약 20 배 이상 많은 전류를 수송할 수가 있는 능력으로서 현재까지  $MgB_2$ 에서 보고된 임계전류밀도 중에 가장 큰 값을 보여주는 상업적으로 가장 가치가 높은 시편임을 확인하였다. 그러므로 생산 기술적인 면을 좀 더 보강하고 대량생산을 가능하게 한다면 충분히 산업화가 가능한 발명 결과인 것이다.

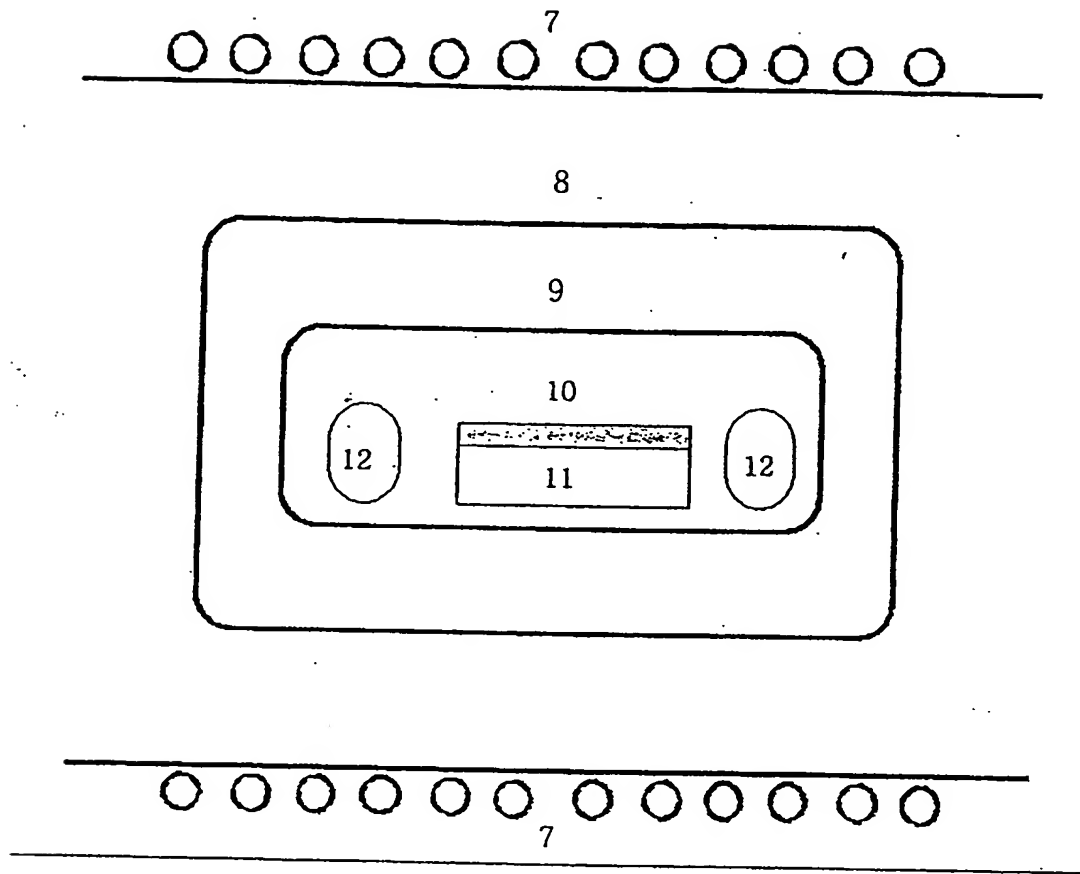
#### 4. 발명 청구범위

- 가. 1 단계 공정과정에서 레이저증착방법(Pulsed Laser Deposition)을 포함하여 스퍼터링(Sputtering) 증착법, 전자빔 증발법(Electron beam evaporation), 화학적 유기금속증착법(MOCVD, Metal Organic Chemical Vapor Deposition), 화학적 증기증착법(chemical Vapor Deposition)을 이용하여 보론 박막을 증착하는 방법.
- 나. 2 단계 공정에서 마그네슘을 비정질 보론 박막을 함께 넣어 보론 박막 속으로 확산시켜 반응이 일어나도록 하는 방법.
- 다. 2 단계 공정에서 마그네슘과 반응하지 않는 탄탈륨관을 불활성 가스 분위기에서 아크용접하여 사용하는 방법.
- 라. 2 단계 공정에서 탄탈륨의 산화를 막기 위하여 수정관의 양단을 밀폐하여 사용한 방법
- 마. 2 단계 공정에서 전기로의 온도를 600 - 1000 °C로 올리고 시편을 30 분 이내에 전기로 속으로 넣어 이 온도에서 2 시간 이내에 속성 열처리하고 바로 꺼내서 1 시간 이내에 냉각하는 방법.

# 도면



제 1 도. 본 발명의 1 단계 공정과정을 설명하기 위한 레이저 증착 장비의 개략도.



제 2 도. 본 발명의 2 단계 공정 과정인 후속 열처리 장치에 대한 개략도.

## 요 약 서

본 발명은 최근(2001년 1월 10일)에 발견된  $MgB_2$  초전도체 박막을 제조하는 획기적인 방법에 대한 것이다. 향후 초전도체를 이용한 전자장비에 적용할 경우 응용성이 매우 크다. 본 발명의 내용은  $MgB_2$  초전도 박막을 제조하기 위하여 비정질 보론 박막을 고진공 레이저증착장비를 이용하여 증착하고, 이 박막을 전기로에서 급속 열처리를 하는 방법에 대한 것이다. 그리고 열처리 과정에서 시편이 산화되거나 오염되는 것을 방지하기 위한 방법으로 탄탈륨판과 수정판을 사용하여 효과적으로 세계 최고 품질의  $MgB_2$  박막을 제조할 수가 있었다. 산업화를 위해서는 대량생산이 필수적인데, 향후 본 발명결과를 바탕으로 대량생산장비로 전환하는 거시적인 기술적 문제만 남아 있다.

본 발명은 세계 최초로  $MgB_2$  박막을 성공적으로 제조한 사례이며, 향후 산업화가 이루어질 것이 확실하다.  $MgB_2$  초전도 박막은 미세자기장을 탐지하는 초전도 양자간섭소자(SQUIDS)를 이용하여 병을 진단할 수 있는 의료용 장비와 위성통신에서 사용되는 마이크로파 통신 장비, 그리고 조셉슨 소자를 이용하여 컴퓨터를 제작하던 현재보다 연산 속도를 100 배 이상 향상시킬 수가 있는 컴퓨터 등에 응용이 가능하므로 그 경제적 가치가 매우 클 것으로 사료된다.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**